

日本国特許庁
JAPAN PATENT OFFICE

24.12.2004

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日
Date of Application: 2003年12月 9日

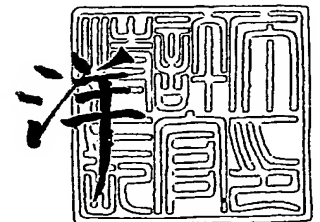
出願番号
Application Number: 特願2003-410204
[ST. 10/C]: [JP2003-410204]

出願人
Applicant(s): 大日本インキ化学工業株式会社

2005年 2月10日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

小川



出証番号 出証特2005-3009055

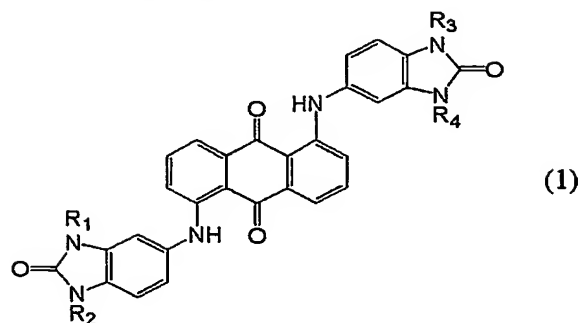
【書類名】 特許願
【整理番号】 PX030409
【あて先】 特許庁長官殿
【国際特許分類】 C09B 67/20
【発明者】
 【住所又は居所】 千葉県佐倉市弥勒町 5 2 - 1 ハイホーム佐倉 2 - 1 0 1
 【氏名】 保坂 正喜
【特許出願人】
 【識別番号】 000002886
 【氏名又は名称】 大日本インキ化学工業株式会社
【代理人】
 【識別番号】 100088764
 【弁理士】
 【氏名又は名称】 高橋 勝利
 【電話番号】 03-5203-7758
【手数料の表示】
 【予納台帳番号】 008257
 【納付金額】 21,000円
【提出物件の目録】
 【物件名】 特許請求の範囲 1
 【物件名】 明細書 1
 【物件名】 図面 1
 【物件名】 要約書 1
 【包括委任状番号】 0214178

【書類名】 特許請求の範囲

【請求項 1】

一般式 (1)

【化 1】



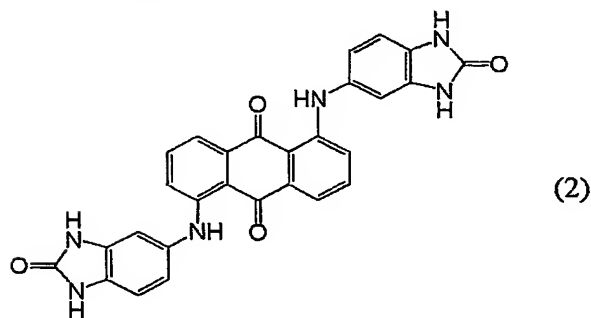
(1)

(式中、R₁、R₂、R₃ および R₄ はそれぞれ独立して水素原子、炭素数が 1～5 までのアルキル基、または炭素数が 1～5 までのアルコキシル基を表す。) で表されるベンツイミダゾロン化合物。

【請求項 2】

一般式 (1) における R₁、R₂、R₃ および R₄ がすべて水素原子である式 (2)

【化 2】



(2)

で表される請求項 1 記載のベンツイミダゾロン化合物。

【請求項 3】

請求項 1 または 2 記載のベンツイミダゾロン化合物を含有する着色剤。

【請求項 4】

式 (2) で表される請求項 2 記載のベンツイミダゾロン化合物であって、Cu-K α 特性 X 線に対するブラッグ角 2θ が $14.5 \pm 0.2^\circ$ 、 $19.7 \pm 0.2^\circ$ 、 $22.2 \pm 0.2^\circ$ 、 $27.7 \pm 0.2^\circ$ に回折ピークを有する着色剤。

【請求項 5】

請求項 3 または 4 記載の着色剤を含有する着色剤組成物。

【書類名】明細書

【発明の名称】ベンツイミダゾロン化合物及び着色剤

【技術分野】

【0001】

本発明の技術分野は、新規ベンツイミダゾロン化合物に関する。

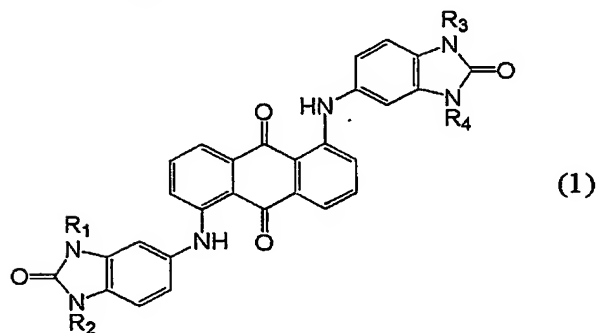
【背景技術】

【0002】

ベンツイミダゾロン基を有する化合物は、耐候性や耐熱性が高い顔料として知られている（たとえば非特許文献1参照。）。しかし、一般式（1）

【0003】

【化1】



で表されるベンツイミダゾロン化合物は知られていない。

【0004】

【非特許文献1】W. Herbst, K. Hunger 著「Industrial Organic Pigments Second Edition」VCH Verlagsgesellschaft mbH、1997年、p. 345-370

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

本発明の課題は、新規ベンツイミダゾロン化合物を提供すること及びそれを用いた着色剤を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【0006】

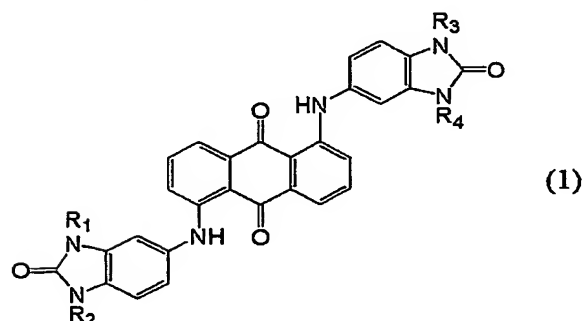
本発明者らは、鋭意検討した結果、一般式（1）で表される化合物の合成に成功し、新規なベンツイミダゾロン化合物を提供することができた。

【0007】

すなわち本発明は、一般式（1）

【0008】

【化2】



（式中、 R_1 、 R_2 、 R_3 および R_4 はそれぞれ独立して水素原子、炭素数が1～5までのアルキル基、または炭素数が1～5までのアルコキシ基を表す。）で表されるベンツ

イミダゾロン化合物を提供する。

【発明の効果】

【0009】

本発明の一般式(1)で表される新規なベンツイミダゾロン化合物は、染料や顔料などの着色剤として有用である。

【発明を実施するための最良の形態】

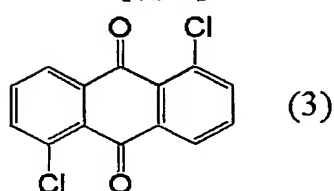
【0010】

本発明の方法によれば、一般式(1)で表される化合物(以下、化合物(1)と言う。)は、以下の製造方法により製造される。

すなわち、式(3)

【0011】

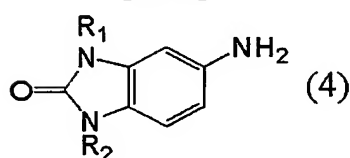
【化3】



で表される化合物と、式(3)で表される化合物に対してそれぞれ1当量の一般式(4)

【0012】

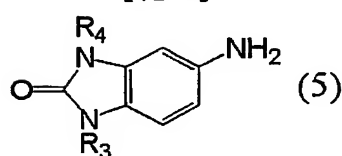
【化4】



(式中、R₁ および R₂ はそれぞれ独立して水素原子、炭素数が1～5までのアルキル基、または炭素数が1～5までのアルコキシ基を表す。)で表される化合物および一般式

【0013】

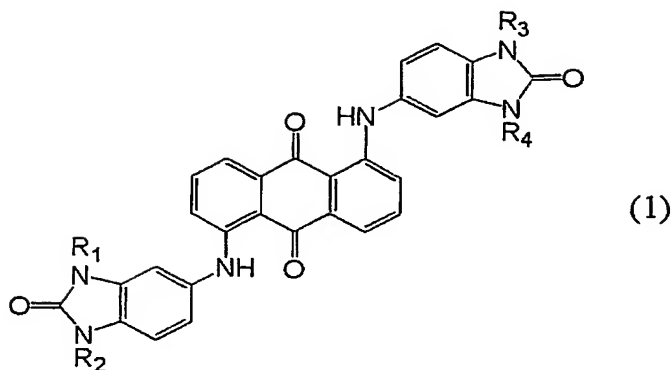
【化5】



(式中、R₃ および R₄ はそれぞれ独立して水素原子、炭素数が1～5までのアルキル基、または炭素数が1～5までのアルコキシ基を表す。)で表される化合物を、1, 3-ジメチル-2-イミダゾリジノン、ジメチルスルホキシド、N, N-ジメチルホルムアミド、n-メチル-2-ピロリドンなどの非プロトン性極性溶媒中、必要に応じて反応中に発生する塩酸を除去するために、酢酸ナトリウム、酢酸カルシウム、酢酸カリウムなどの存在下、150～180℃の適宜な温度で8～25時間反応させた後、室温まで冷却し、析出した結晶を通常の方法によりろ過、洗浄、乾燥、粉碎することで、一般式(1)

【0014】

【化6】



(式中、 R_1 、 R_2 、 R_3 および R_4 はそれぞれ独立して水素原子、炭素数が1～5までのアルキル基、または炭素数が1～5までのアルコキシル基を表す。) で表される化合物(1) が得られる。

【0015】

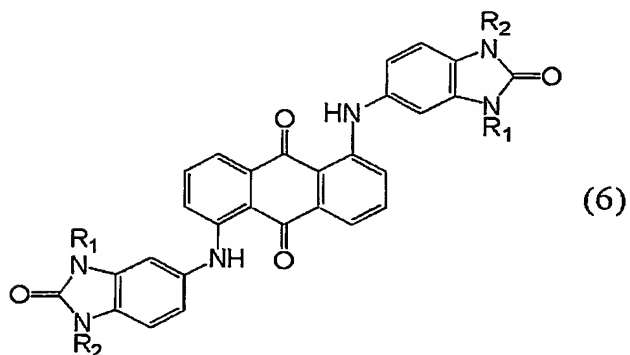
また、同様の製造方法において、まず第1工程として式(3)で表される化合物と当量の式(4)で表される化合物を反応させることにより、式(3)で表される化合物に一つの式(4)で表される化合物が結合した化合物を得、第2工程としてこの化合物に、さらに式(3)で表される化合物と当量の式(5)で表される化合物を反応させることで、より選択的に式(1)の化合物を得ることが可能である。

【0016】

それぞれ1当量の一般式(4)で表される化合物及び一般式(5)で表される化合物の代わりに、一般式(4)を2当量用いた場合は、一般式(6)

【0017】

【化7】



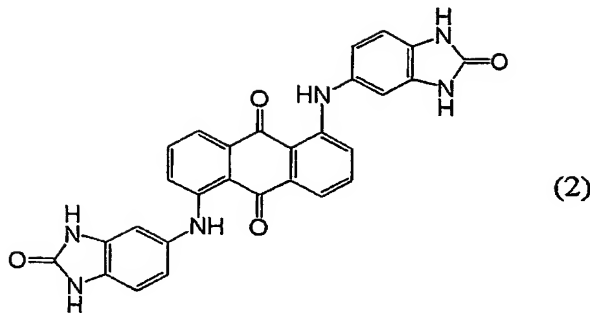
(式中、 R_1 および R_2 は一般式(1)における R_1 および R_2 と同じ意味を表す。) で表される左右対称構造の化合物(以下、化合物(6)と言う。)を得ることができる。

【0018】

一般式(1)の R_1 、 R_2 、 R_3 および R_4 は、水素原子または、炭素数1～3のアルキル基が好ましい。特にすべてが水素原子である場合が好ましい。また、 R_1 と R_2 、及び R_3 と R_4 の組み合わせが、それぞれ独立に水素原子と炭素数1～3のアルキル基との組み合わせが好ましい。この場合、水素原子とエチル基との組み合わせが更に好ましい。一般式(1)における、 R_1 、 R_2 、 R_3 および R_4 がすべて水素原子である式(2)

【0019】

【化 8】



で表される化合物（以下、化合物（２）と言う）は、化合物（６）と同様の方法で製造することができ、紫色の着色剤として特に有用である

本製造方法により得られる化合物（２）の結晶は、紫色の色相を呈するため、そのままの状態でも顔料として使用することができるが、さらに、着色力や耐候性、透明性を高める目的で、公知慣用の後処理を行って、用途に適した所望の粒子径に調整することもできる。具体的には、たとえば、顔料の結晶をより大きな結晶へと成長させたいときは、化合物（２）を有機溶媒、水、もしくはそれらの混合溶媒中で常圧または加圧下で熱処理する方法が一般的である。

【0020】

ここで用いる有機溶媒としては、ベンゼン、キシレン、トルエンなどの芳香族系溶媒、ピリジン、ピコリン、キノリンなどのピリジン系溶媒、アセトン、メチルエチルケトン、シクロヘキサノンなどのケトン系溶媒、メタノール、ブタノール、イソブタノールなどのアルコール系溶媒、エチレングリコールモノメチルエーテル、モノエチルエーテルなどのエーテル系溶媒、ジメチルスルホキシド、N-メチル-2-ピロリドン、N,N-ジメチルホルムアミドなどの非プロトン性極性溶媒などをあげることができる。

【0021】

また、顔料の結晶を微細化させたいときは、ニーダーやボールミル、アトライターなどの摩砕装置により、必要に応じて食塩などの摩砕媒体やジエチレングリコールなどの液状摩砕助剤の存在下、摩砕処理を行う方法が一般的である。

得られた紫色結晶は、Cu-K α 特性X線に対するブラッグ角 2θ が $14.5 \pm 0.2^\circ$ 、 $19.7 \pm 0.2^\circ$ 、 $22.2 \pm 0.2^\circ$ 、 $27.7 \pm 0.2^\circ$ に回折ピークを有する結晶である。

【0022】

本発明の新規ベンツイミダゾロン化合物は、他の着色剤と併用して、着色剤を含有する着色剤組成物を製造することができる。

本発明の新規ベンツイミダゾロン化合物、該化合物を含有する着色剤及び該着色剤を含有する着色剤組成物は、印刷インキ、塗料、プラスチックの着色、トナー、インクジェット用インキ、カラーフィルターなどの用途に有用である。

【実施例】

【0023】

以下、本発明を実施例により説明する。特に断わりのない限り「部」、「％」は質量基準である。

【0024】

(実施例 1)

5-アミノベンツイミダゾロン 44.7 部、1,5-ジクロロアントラキノン 33 部、酢酸ナトリウム 21.5 部を 1,3-ジメチル-2-イミダゾリジノン 500 部中に加え、 175°C で 25 時間攪拌した。室温まで冷却した後、析出物をろ過し、1,3-ジメチル-2-イミダゾリジノン 200 部、アセトン 600 部で洗浄を行い、 110°C で 8 時間減圧乾燥して紫色結晶 32.6 部（収率 54％）を得た。

得られた紫色結晶の赤外分光分析、FD-MS分析を行ったところ、下記の結果が得られた。

【0025】

<赤外分光分析>

3400 cm^{-1} : 芳香族アミンのN-H伸縮振動

3200 cm^{-1} : イミダゾロン環のN-H伸縮振動

1700 cm^{-1} : 芳香族ケトンのC=O伸縮振動

【0026】

<FD-MS>

質量分析の結果、化合物(2)(分子量502)の分子イオンピーク(M+)が検出された。

上記の分析結果から、得られた化合物は式(2)で表される化学構造を有することが確認された。

さらに、得られた紫色結晶について、理学電機(株)製X線回折装置「RINT Ulti ma+」を用いて、下記条件でCu-K α 線照射による粉末X線回折分析を行った。

使用電力: 40 kV、30 mA

サンプリング角度: 0.020°

発散・散乱スリット: (1/2)

発光スリット: 0.3 mm

スキャンスピード: 2°/分

図1にそのX線回折パターンを示す。化合物(2)の赤色結晶は、Cu-K α 特性X線に対するブラッグ角 2θ が $14.5 \pm 0.2^\circ$ 、 $19.7 \pm 0.2^\circ$ 、 $22.2 \pm 0.2^\circ$ 、 $27.7 \pm 0.2^\circ$ に回折ピークを有している。

【0027】

(使用例)

大日本インキ化学工業製焼き付け塗料用アクリル樹脂「ベッコゾールJ-524-IM-60」70%と、大日本インキ化学工業製メラミン樹脂「スーパーベッカミンG-821-60」30%の混合樹脂66部を、キシレン:n-ブタノール=7:3の混合溶剤12部に溶解して樹脂組成物を得た。

【0028】

上記樹脂組成物78部に、実施例1で得た化合物(2)を2部加え、ペイントコンディショナーにより2時間攪拌して分散させ、顔料分散組成物(1)を得た。

上記顔料分散組成物(1)12部に、前記混合樹脂:前記混合溶媒4:3の樹脂溶液18部を加えて希釈し、焼き付け用アクリル塗料を調製した。該塗料を、アプリーケーターを用いてポリエステルフィルム上に塗布した後、130℃で30分間焼き付けして塗膜を硬化させた。

得られた塗膜は光沢のある紫色であった。

【産業上の利用可能性】

【0029】

本発明の新規ベンツイミダゾロン化合物、該化合物を含有する着色剤及び該着色剤を含有する着色剤組成物は、印刷インキ、塗料、プラスチックの着色、トナー、インクジェット用インキ、カラーフィルターなどの用途に有用である。

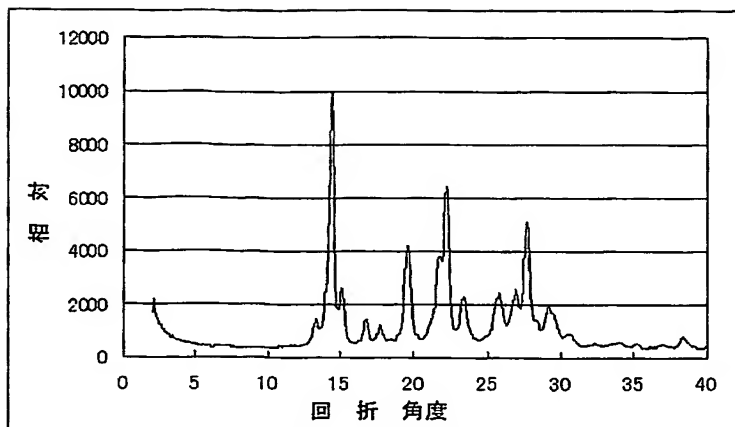
【図面の簡単な説明】

【0030】

【図1】実施例1で得た本発明の化合物(2)のX線回折図である。

【書類名】 図面

【図 1】



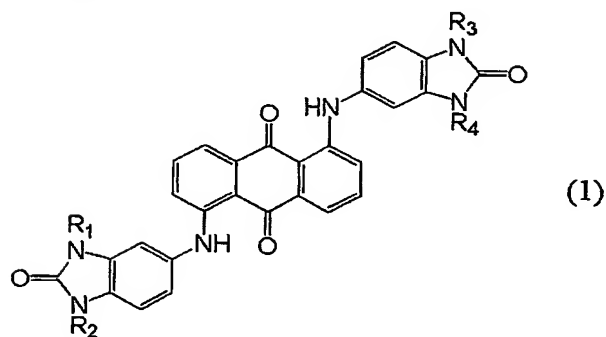
【書類名】要約書

【要約】

【課題】 ベンツイミダゾロン系新規化合物及び着色剤を提供すること。

【解決手段】 一般式 (1)

【化1】



(式中、 R_1 、 R_2 、 R_3 および R_4 はそれぞれ独立して水素原子、炭素数が 1 ～ 5 までのアルキル基、または炭素数が 1 ～ 5 までのアルコキシル基を表す。) で表されるベンツイミダゾロン化合物および、該ベンツイミダゾロン化合物を含有する着色剤組成物を提供する。特に一般式 (1) の R_1 、 R_2 、 R_3 および R_4 がすべて水素原子である化合物は紫色を有する優れた着色剤である。

【選択図】 なし

認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2 0 0 3 - 4 1 0 2 0 4
受付番号	5 0 3 0 2 0 2 5 5 3 0
書類名	特許願
担当官	第六担当上席 0 0 9 5
作成日	平成 1 5 年 1 2 月 1 0 日

<認定情報・付加情報>

【提出日】 平成15年12月 9日

特願 2 0 0 3 - 4 1 0 2 0 4

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[0 0 0 0 0 2 8 8 6]

1. 変更年月日

1 9 9 0 年 8 月 1 7 日

[変更理由]

新規登録

住 所

東京都板橋区坂下 3 丁目 3 5 番 5 8 号

氏 名

大日本インキ化学工業株式会社

Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)

International application number: PCT/JP04/018190

International filing date: 07 December 2004 (07.12.2004)

Document type: Certified copy of priority document

Document details: Country/Office: JP
Number: 2003-410204
Filing date: 09 December 2003 (09.12.2003)

Date of receipt at the International Bureau: 24 February 2005 (24.02.2005)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b)



World Intellectual Property Organization (WIPO) - Geneva, Switzerland
Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle (OMPI) - Genève, Suisse